

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-115711

(43)Date of publication of application : 02.05.1997

(51)Int.Cl.

H01F 1/08

(21)Application number : 07-292060

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO.
LTD

(22)Date of filing : 13.10.1995

(72)Inventor : ASANO MASAHIRO
MINO NOBUTSUGU
TSUJIMOTO HIDEJI**(54) ANISOTROPIC BOND MAGNET****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an anisotropic bond magnet which exhibits high heat resistance, a weather resistance and excellent magnetic properties and causes no crack in the magnetic powder during forming.

SOLUTION: Lumps of casted alloy of R-Fe-B or coarse powder obtained by crushing the lumps of casted alloy is treated with H₂ under specific heat treatment conditions to form anisotropic magnetic powder having texture of recrystallized particles of tetragonal system of R₂Fe₁₄B. phase of specific average recrystallized particle size. Then, before, at the same time with or after mixing with binder resin, the magnetic powder is mixed with a fixed amount of fine isotropic nanocomposite R-Fe-B magnetic powder, and the mixture is formed and hardened. In this way, as the voidity of the bond magnet decreases, O₂ and H₂O are restrained from permeating the magnet. In addition, since the magnetic powder is restrained from cracking during formation, vary active metal fracture surface in the bond magnet decreases. Accordingly, the heat resistance and weather resistance are still more improved and Br, (BH) max and squareness are improved at the same time.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.09.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

<http://www19.ipdl.jpo.go.jp/PA1/result/detail/main/wAAAJ8aGSvDA409115711P1.h...> 15/11/07**BEST AVAILABLE COPY**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-115711

(43) 公開日 平成9年(1997)5月2日

(51) Int.Cl.⁶

H 0 1 F 1/08

識別記号

庁内整理番号

F I

H 0 1 F 1/08

技術表示箇所

A

審査請求 未請求 請求項の数2 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平7-292060

(22) 出願日 平成7年(1995)10月13日

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 浅野 正宏

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 三野 修嗣

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 辻本 秀治

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 弁理士 押田 良久

(54) 【発明の名称】 異方性ボンド磁石

(57) 【要約】

【課題】 成形時に磁石粉末に割れを生ずることなく、耐熱性、耐候性と共に磁気特性のすぐれた異方性ボンド磁石の提供。

【解決手段】 R-Fe-B系合金鑄塊あるいは前記鑄塊を粉砕して得られた粗粉碎粉を、特定の熱処理条件のH₂処理法により、特定の平均再結晶粒径を有する正方晶のR₂Fe₁₄B相の再結晶粒集合組織を有する異方性磁石粉末となし、バインダーの樹脂との配合混合前、あるいは配合混合と同時にしくは配合混合後に微細なR-Fe-B系等方性ナノコンポジット磁石粉末を所定量配合、混合し、成形硬化して、ボンド磁石中の空孔率が減少して磁石内へのO₂、H₂Oの侵入が抑制されるのに加えて、成形時に磁石粉末の割れを抑制でき、ボンド磁石中の非常に活性な金属破面が減少するので耐熱性、耐候性は一段と向上し、同時にBr、(BH)_{max}、角型性が向上する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均再結晶粒径が $0.05\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ の $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 正方晶相からなる再結晶粒の集合組織を有する異方性 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石粉末 $45\text{wt}\%\sim 98\text{wt}\%$ と、平均結晶粒径 50nm 以下の体心立方鉄および鉄ホウ化物を含む軟質磁性相と $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶を有する硬質磁性相からなる等方性 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系ナノコンポジット磁石粉末 $0.9\text{wt}\%\sim 49\text{wt}\%$ と、樹脂 $1\text{wt}\%\sim 10\text{wt}\%$ とからなる異方性ボンド磁石。

【請求項2】 請求項1において、 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系ナノコンポジット磁石粉末の組成式が $\text{R}_x(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_{100-x-y-z}\text{B}_y\text{M}_z$ ($\text{R}:\text{Pr}, \text{Nd}, \text{Dy}$ の1種または2種以上、 $\text{M}:\text{Cr}, \text{V}, \text{Mo}, \text{Al}, \text{Si}, \text{Cu}, \text{Ga}, \text{Pb}, \text{Au}, \text{Pt}, \text{Ag}$ の1種または2種以上)で表され、組成を限定する $x(\text{at}\%), y(\text{at}\%), z(\text{at}\%)$ 及び u が以下の範囲である異方性ボンド磁石。

$3\leq x\leq 6, 10\leq y\leq 30, 0<z\leq 10, 0<u\leq 0.5$

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、耐熱性、耐候性と共に磁気特性、特に残留磁束密度（以下 Br という）、最大磁気エネルギー積（以下 $(\text{BH})_{\text{max}}$ という）のすぐれた異方性ボンド磁石に係り、 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系合金鑄塊あるいは前記鑄塊を粉碎して得られた粗粉碎粉を特定の熱処理条件の H_2 処理法により、特定の平均再結晶粒径を有する正方晶の $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の再結晶粒集合組織を有する異方性磁石粉末となし、これに特定量の微細な等方性 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系ナノコンポジット磁石粉末およびバインダーの樹脂を配合混合後、成形して得られた耐熱性、耐候性並びに Br 、 $(\text{BH})_{\text{max}}$ 等の磁気特性のすぐれた異方性ボンド磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】一般にボンド磁石は焼結磁石に比して、磁気特性では劣るにもかかわらず、機械的強度にすぐれ、且つ形状の自由度が高いこと等より、近年、その利用範囲が急速に拡大している。かかるボンド磁石は、磁石粉末と有機バインダー、金属バインダー等により結合して成形されるが、ボンド磁石の磁気特性は使用する磁石粉末の磁気特性に左右される。

【0003】ボンド磁石用磁石粉末としては、(1) $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系鑄塊を機械的粉碎法、あるいは H_2 吸蔵崩壊法により得られた磁石粉末や、あるいは、(2)液体急冷法やアトマイズ法によって、溶融合金から超急冷して得られた磁石粉末が利用されている。

【0004】前者の(1)磁石粉末では、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が粒内破壊して粉碎されるので、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相が R リッチ相で囲まれた組織にならず、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の一

部に R リッチ相が一部付着した組織となり、また、粉碎時に磁石粉末に歪が残留するため、粉碎のままだでは保磁力 $i\text{Hc}$ は 3kOe 以下に低下し、歪取り熱処理した磁石粉末や $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相粒界部に R リッチ相を形成させる集合粉末とした磁石粉末でも、ボンド磁石用粉末として使用した場合、成形圧力の増加に伴って、ボンド磁石の $i\text{Hc}$ は大幅に低下し、また、バインダーの硬化時にも磁気特性が低下する欠点がある。

【0005】一方、後者の(2)磁石粉末の場合は、個々の $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の結晶粒の結晶方向が任意で粉末の磁気特性が等方性であるため、ボンド磁石自体も等方性であるため、高磁気特性が望めず、実用的には用途が制限される問題がある。

【0006】また、低価格かつ、高性能なボンド磁石を得るためにフェライト磁石粉末に高性能の $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石粉末を添加配合した高性能ボンド磁石が提案されているが、前記 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石粉末は超急冷粉、あるいは鑄塊粉碎粉の等方性の磁石粉末であり、磁気特性の改善向上は小さかった（特開昭61-284906号、特開昭63-287003号、特開平2-78204号、特開平3-181104号、特開平3-222303号）。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】そこで、最近、異方性ボンド用磁石粉末として、 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系合金鑄塊あるいは粉碎後の粗粉碎粉を特定の熱処理条件の H_2 処理法により、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 正方晶相からなる再結晶集合組織となした異方性 $\text{R}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石粉末が提案されている（特開平1-132106号）。

【0008】前記異方性磁石粉末を用いて異方性ボンド磁石を製造する方法としては、前記磁石粉末にバインダーとして樹脂を添加配合後、圧縮成形し、さらにバインダー硬化のためのキュア熱処理する工程などが一般に知られている。

【0009】しかし、原料粉末の異方性磁石粉末は非常に酸化され易い上、予め磁石粉末をカップリング処理等で粉末表面を被覆しても、成形時の応力によって磁石粉末には割れが発生し、活性な金属面が露出してより酸化され易くなり、また、成形したボンド磁石は密度が低くて空孔部が多く、前記空孔部に O_2 、 H_2O が容易に侵入してボンド磁石が酸化し、磁気特性が時間とともに劣化する問題があった。さらに成形時に磁石粉末が割れることは、磁石粉末へ多量の歪を導入することを意味し、保磁力および角型性の劣化を生じる観点からも好ましくなかった。

【0010】最近、異方性磁石粉末に $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{N}$ 系磁石粉末を添加して、充填密度を高めた異方性ボンド磁石が提案（特開平6-132107号）されているが、前記磁石は初期磁気特性を向上させるものの、 $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{N}$ 系磁石粉末自身の耐候性の劣化から、磁気特性の

劣化が大きいという問題がある。

【0011】この発明は、上述の異方性ボンド磁石の問題点を解消し、成形時に磁石粉末に割れを生ずることなく、耐候性と共に磁気特性、特に B_r 、 $(BH)_{max}$ のすぐれた異方性ボンド磁石の提供を目的としている。

【0012】

【課題を解決するための手段】発明者らは、従来の異方性ボンド磁石の問題点を解決すべく、種々検討した結果、ボンド磁石中の空孔部がその耐熱性、耐候性に影響を及ぼすと考え、さらに検討した結果、異方性 $R-Fe-B$ 系磁石粉末に特定量の等方性 $R-Fe-B$ 系ナノコンポジット磁石粉末と樹脂を添加することにより、
①磁石空孔部に優先的に等方性 $R-Fe-B$ 系ナノコンポジット磁石粉末が充填され、空孔率が減少し、磁石内部への O_2 、 H_2O の侵入が防止され、耐熱性、耐候性が向上すること、

②空孔部に前記等方性磁石粉末が充填されるため、磁気特性が向上すること、

③粉末の充填状態がよくなるために、成形時に異方性磁石粉末が受ける応力集中が減少し、磁石粉末の割れは減少することにより、活性の金属破面が減少し、耐熱性、耐候性が向上し、

④かかる作用効果が相乗してボンド磁石の耐熱性、耐候性の向上、および磁気特性の改善向上に有効なることを知見し、この発明を完成した。

【0013】すなわち、この発明は、平均再結晶粒径が $0.05\mu m \sim 50\mu m$ の $R_1Fe_{1-x}B$ 正方晶相からなる再結晶粒の集合組織を有する異方性 $R-Fe-B$ 系磁石粉末 $45wt\% \sim 98wt\%$ と、平均結晶粒径 $50nm$ 以下の体心立方鉄および鉄ホウ化物を含む軟質磁性相と $Nd_2Fe_{14}B$ 型結晶を有する硬質磁性相からなる等方性 $R-Fe-B$ 系ナノコンポジット磁石粉末 $0.9wt\% \sim 49wt\%$ と、樹脂 $1wt\% \sim 10wt\%$ とからなる異方性ボンド磁石である。

【0014】また、この発明は、上記の異方性ボンド磁石において、 $R-Fe-B$ 系ナノコンポジット磁石粉末の組成式が $R_x(Fe_{1-x}Co_y)_{100-x-y}B_zM_u$ 、 $(R:Pr, Nd, Dy)$ の1種または2種以上、 $M:Cr, V, Mo, Al, Si, Cu, Ga, Pb, Au, Pt, Ag$ の1種または2種以上)で表され、組成を限定する $x(at\%)$ 、 $y(at\%)$ 、 $z(at\%)$ 及び u が以下の範囲である異方性ボンド磁石を併せて提案する。

$3 \leq x \leq 6$ 、 $10 \leq y \leq 30$ 、 $0 < z \leq 10$ 、 $0 < u \leq 0.5$

【0015】

【発明の実施の形態】この発明において、 $R_1Fe_{1-x}B$ 正方晶相からなる再結晶集合組織の磁石粉末は、 $R-Fe-B$ 系合金鋳塊あるいは前記鋳塊を粗粉碎して得られた粗粒を均質化処理するか、または、均質化処理せずに

H_2 ガス雰囲気中で昇温し、温度 $750^\circ C \sim 950^\circ C$ に 3.0 分 ~ 8 時間の H_2 ガス雰囲気中に保持した後、引き続いて温度 $750^\circ C \sim 950^\circ C$ に 5 分 ~ 4 時間の真空雰囲気中に保持した後、冷却し、粉碎して得られるものである。

【0016】かかる異方性 $R-Fe-B$ 系磁石粉末の平均粒度を $5\mu m \sim 500\mu m$ に限定した理由は、 $5\mu m$ 未満では酸化し易く作業中に燃える恐れがあり、また、 $500\mu m$ を超えると磁石粉末として実用的ではないので好ましくないことにあり、好ましい平均粒度は $10\mu m \sim 300\mu m$ である。

【0017】また、異方性 $R-Fe-B$ 系磁石粉末の平均再結晶粒径は、 $0.05\mu m$ 未満では着磁が困難となり、 $50\mu m$ を超えると iH_c (保磁力) が $5kOe$ 以下となり、磁気特性が低下するため、 $0.05\mu m \sim 50\mu m$ の範囲とし、好ましい平均再結晶粒径は $0.1\mu m \sim 10\mu m$ である。異方性磁石粉末の配合量が $45wt\%$ 未満では等方性磁石粉末の比率が多くなり、初期磁気特性が低下し、 $98wt\%$ を超えると等方性磁石粉末の添加効果、すなわち、充填率の向上による耐候性、磁気特性の向上効果が低下し、また、樹脂量の低下による磁石強度が低下するため、好ましくない。

【0018】この発明において、異方性磁石粉末に配合混合する等方性ナノコンポジット磁石粉末の組織は、平均結晶粒径 $50nm$ 以下の体心立方鉄および鉄ホウ化物を含む軟質磁性相と $Nd_2Fe_{14}B$ 型結晶を有する硬質磁性相からなり、軟質磁性相の磁化が硬質磁性相の磁化と交換相互作用により結合して、コンポジット全体としてあたかも単一の磁性相で構成されて、従来の永久磁石のように振る舞うというものであり、一般に「交換スプリング磁石」とも呼ばれる。ナノコンポジット磁性体は溶融状態から超急冷却凝固法によりいったん非晶質金属を得た後、熱処理により結晶化し、更にこれを粉碎して粉末化して得る。

【0019】この発明において、等方性ナノコンポジット磁石粉末の平均粒度は、異方性磁石粉末の空孔部に優先的に侵入する観点から $1\mu m \sim 50\mu m$ が好ましい。また、等方性ナノコンポジット磁石粉末の配合量は、 $0.9wt\%$ 未満では空孔率の低減効果が少なく、耐熱性、耐候性の改善効果や磁気特性の向上効果が得られず、また $49wt\%$ を超えるとボンド磁石の磁気特性を劣化させるので、 $0.9wt\% \sim 49wt\%$ とする。好ましい配合量は $1wt\% \sim 30wt\%$ である。

【0020】また、バインダーとしての樹脂の配合量は、 $1wt\%$ 未満ではボンド磁石の強度が十分に得られず、また $10wt\%$ を超えると磁気特性の劣化を招来するので好ましくないため、樹脂の配合量は $1wt\% \sim 10wt\%$ とする。樹脂としては、熱硬化性あるいは熱可塑性の公知の樹脂で良く、固状の樹脂は溶媒にて液状化バインダーとして使用してもよく、溶媒はボンド磁石の

成形前に揮発してもよい。

【0021】この発明の異方性R-Fe-B系磁石粉末に用いる希土類元素Rは、組成の10原子%~30原子%を占めるが、Nd, Pr, Dy, Ho, Tbのうち少なくとも1種、あるいはさらに、La, Ce, Sm, Gd, Er, Eu, Tm, Yb, Lu, Yのうち少なくとも1種を含むものが好ましい。また、通常Rのうち1種をもって足りるが、実用上は2種以上の混合物（ミッシュメタル、シジム等）を入手上の便宜等の理由により用いることができる。なお、このRは純希土類元素でなくともよく、工業上入手可能な範囲で製造上不可避な不純物を含有するものでも差し支えない。

【0022】Rは、上記系磁石粉末における必須元素であって、10原子%未満では結晶構造が α -鉄と同一構造の立方晶組織となるため、高磁気特性、特に高保磁力が得られず、30原子%を超えるとRリッチな非磁性相が多くなり、残留磁束密度(B_r)が低下してすぐれた特性の永久磁石が得られない。よって、Rは、10原子%~30原子%の範囲が望ましい。

【0023】Bは、上記系磁石粉末における必須元素であって、2原子%未満では菱面体構造が主相となり、高い保磁力(iHc)は得られず、28原子%を超えるとBリッチな非磁性相が多くなり、残留磁束密度(B_r)が低下するため、すぐれた永久磁石が得られない。よって、Bは2原子%~28原子%の範囲が望ましい。

【0024】Feは、上記系磁石粉末において必須元素であり、65原子%未満では残留磁束密度(B_r)が低下し、80原子%を超えると高い保磁力が得られないので、Feは65原子%~80原子%の含有が望ましい。また、Feの一部をCoで置換することは、得られる磁石の磁気特性を損なうことなく、温度特性を改善することができるが、Co置換量がFeの20%を超えると、逆に磁気特性が劣化するため、好ましくない。Coの置換量がFeとCoの合計量で5原子%~15原子%の場合、(B_r)は置換しない場合に比較して増加するため、高磁束密度を得るために好ましい。

【0025】また、R, B, Feのほか、工業的生産上不可避的な不純物の存在を許容でき、例えば、Bの一部を4.0wt%以下のC、2.0wt%以下のP、2.0wt%以下のS、2.0wt%以下のCuのうち少なくとも1種、合計量で2.0wt%以下で置換することにより、永久磁石の製造性改善、低価格化が可能である。

【0026】さらに、Al, Ti, V, Cr, Mn, Bi, Nb, Ta, Mo, W, Sb, Ge, Ga, Sn, Zr, Ni, Si, Zn, Hfのうち少なくとも1種は、磁石粉末に対してその保磁力、減磁曲線の角型性を改善あるいは製造性の改善、低価格化に効果があるため添加することができる。なお、添加量の上限は、ボンド磁石の(BH)_{max}を14MGoe以上とするには、(B_r)が少なくとも8kG以上必要となるため、該条

件を満たす範囲が望ましい。

【0027】この発明において、配合混合する等方性ナノコンボジット磁石粉末の組成のRは、Pr, Nd, Dyの1種または2種以上を特定量含有のときのみ、高い磁気特性が得られ、他の希土類元素例えば、Ce, LaではiHcが2kOe以上の特性は得られず、重希土類元素では磁気モーメントがNdと逆方向に向く性質を有するため、磁化を著しく減少させる傾向があるので好ましくない。Rは、3at%未満では4.0kOe以上のiHcが得られず、6at%を超えると5kG以上のB_rが得られないので、3~6at%とする。好ましいR量は3.5~5.5at%である。

【0028】Bは、10at%未満では超急冷法を用いても非晶質組織が得られず、熱処理しても3kOe未満のiHcしか得られず、また、30at%を超えると5kOe以上のiHcが得られないため、10at%~30at%の範囲とする。好ましい範囲は15~20at%である。

【0029】Coは、B_r、減磁曲線の角型性および温度特性の向上に有効であるが、Feに対する置換量が50%を超えると6kG以上のB_rが得られないので、Co量は0~50%とする。好ましい範囲は0.01~0.1%である。

【0030】Mは、Cr, V, Mo, Al, Si, Cu, Ga, Pb, Au, Pt, Agの1種または2種以上を添加することにより、iHcの向上、B_rの減磁曲線の角型性の改善向上に有効であるが、0.01at%未満では前記効果が得られず、10at%を超えると逆に角型性が低下するので、0.01at%~10at%の添加量とする。好ましい範囲は0.05at%~6at%である。

【0031】

【実施例】

実施例1

原料として真空溶解炉にて溶解 casting し、表1に表す組成A, B, Cを有するR-Fe-B系磁石用合金鑄塊を得た。これらの合金鑄塊を温度1120℃、時間10時間でAr雰囲気中にて均質化処理を行った。前記鑄塊を加熱炉に挿入し、760TorrのH₂ガスとして、加熱炉内の温度を室温から温度850℃に上昇し、引き続き温度850℃に3時間保持した後、850℃に1時間保持して脱H₂を行って、真空度1×10⁻¹Torrになるまで排気冷却した。

【0032】その後、鑄塊をAr雰囲気中で300μm以下になるまで粉碎して、R-Fe-B系磁石粉末を得た。得られた磁石粉末は平均結晶粒径0.5μmのR, Fe, B正方晶相からなる再結晶粒の集合組織を有する異方性磁石粉末であった。

【0033】また、添加配合するR-Fe-B系ナノコンボジット磁石粉末は表2に表す組成a, b, cの合金

を溶製後、メルトスピニング装置を用いて、周速度20 m/sで回転する銅製ロール上に径0.8 mmの石英ノズルより噴射して、幅2~3 mmの非晶質薄帯を得た。前記薄帯を15℃/分の昇温速度でArガス雰囲気中で加熱し、630℃に約5分間保持して冷却後、粉碎し、平均結晶粒径50 μm以下の体心立方鉄および鉄ホウ化物を含む軟質磁性相とNd₂Fe₁₄B型結晶を有する硬質磁性相からなる平均粒径3.8 μmの等方性ナノコンボジット磁石粉末を得た。

【0034】前記のごとく、得られた平均粒径150 μmの異方性磁石粉末87 wt%と、前記の平均粒径3.8 μmの等方性ナノコンボジット磁石粉末10 wt%とエポキシ樹脂3 wt%を表3のごとく配合混合後、12 kOeの磁界中で、成形圧7 ton/cm²で成形後、温度150℃で1時間保持して硬化し、異方性ボンド磁石を得た。

【0035】得られた異方性ボンド磁石の磁気特性、角型性および空孔率と耐候性試験結果を表3に表す。また、耐熱性、耐候性試験の試験条件は大気中で100℃×1000時間の条件で、試験中の磁束の経時変化を測定した。なお、磁束の経時変化試験方法は試験片を着磁した後、磁束を測定し、ついで大気中で100℃に1000時間放置後、再び試験片を着磁し磁束を測定し、放置前の磁束からの低下率を算出した。

【0036】実施例2
実施例1の表1に表す組成A、B、Cを有するR-Fe-B系異方性磁石粉末と、実施例1と同一条件で製造した表2に表す組成d、e、fの等方性ナノコンボジット磁石粉末を用い、異方性磁石粉末78 wt%と、等方性*

*ナノコンボジット磁石粉末20 wt%とエポキシ樹脂2 wt%を、表3のごとく配合混合後、12 kOeの磁界中で、成形圧7 ton/cm²で成形後、温度150℃で1時間保持して硬化し、異方性ボンド磁石を得た。得られた異方性ボンド磁石の磁気特性、角型性および空孔率と耐候性試験結果を表3に表す。

【0037】比較例1

実施例1にて得られた磁石粉末に実施例1と同一の等方性ナノコンボジット磁石粉末を配合混合しない以外は実施例1と同一の製造条件にて異方性ボンド磁石を作成し、得られた異方性ボンド磁石の磁気特性、角型性および空孔率と耐候性試験結果を表3に表す。

【0038】比較例2

実施例1にて得られた異方性磁石粉末を用い、またSm10.5 at%-Fe89.5 at%の組成の合金を1100℃に50時間の溶体化処理してN₂ガス雰囲気中でジョークラッシャーおよびパワーミルにて粒径150 μm以下に粉碎後、NH₃+H₂混合ガス流気中で400℃、3時間の窒化処理を行った後冷却し、ジェットミルを用いて微粉碎し、粒径3 μmのSm10 at%-Fe77 at%-N13 at%組成の磁石粉末を得た。前記異方性磁石粉末とSm-Fe-N系磁石粉末を実施例1との同一の配合比率および同一製造条件に異方性ボンド磁石を作成し、得られた異方性ボンド磁石の磁気特性、角型性および耐候性試験結果および空孔率の結果を表3に表す。

【0039】

【表1】

	R	Fe	Co	B	添加物
A	Nd 12.6	65.9	16.5	6.0	
B	Nd 12.6	70.1	10.5	6.0	Ga 0.8
C	Nd 10 Pr 2.5	70.2	10.5	3.0	Ga 0.8 C 3.0

【0040】

※ ※ 【表2】

	R	Fe	B	Co	添加物
a	Nd 3.5	74.3	18.5	3	Cr 0.7
b	Nd 3.5 Dy 1	73	18.5	3	Si 1
c	Nd 4.5	73	18.5	3	Ga 1
d	Nd 4.5	73	18.5	3	Al 1
e	Nd 5	70.5	18.5	3	Cr 3
f	Nd 5.5	68	18.5	5	Cr 5

【0041】

50 【表3】

	異方性磁粉	添加磁粉	Br(kG)	(BH) _{max} (MGOe)	iHc(kOe)	角型性(kOe)	耐候性(%)	空孔率(%)
実施例	A	a	9.09	17.9	12.48	4.68	-5.8	6.8
		b	9.06	17.8	12.52	4.69	-5.5	6.6
		c	9.07	17.7	12.49	4.69	-5.7	6.9
		d	9.08	17.8	12.20	4.60	-5.1	6.0
		e	9.06	17.6	12.26	4.82	-4.9	6.8
		f	9.08	17.5	12.33	4.64	-4.9	6.8
	B	a	9.24	18.8	13.01	4.89	-5.6	7.0
		b	9.21	18.6	13.09	4.93	-5.6	6.8
		c	9.22	18.7	13.06	4.90	-6.0	7.2
		d	9.18	18.5	12.76	4.81	-6.2	6.2
		e	9.19	18.4	12.83	4.85	-5.2	6.0
		f	9.15	18.3	12.86	4.86	-5.1	6.1
	C	a	9.18	17.8	12.07	4.53	-5.6	6.6
		b	9.16	17.7	12.19	4.59	-5.6	6.8
		c	9.14	17.5	12.22	4.58	-5.5	6.4
		d	9.10	17.5	11.90	4.49	-5.0	6.1
		e	8.96	17.1	11.93	4.50	-4.9	6.9
		f	9.00	17.2	11.95	4.50	-5.0	6.8
比較例1	A	なし	8.98	17.0	12.42	4.58	-11.3	10.8
	B	なし	9.09	17.5	12.94	4.86	-11.6	9.9
	C	なし	8.95	16.8	12.03	4.45	-10.4	9.8
比較例2	A	Sm-Fe-N	9.16	18.3	12.47	4.71	-13.2	6.8
	B	Sm-Fe-N	9.27	19.1	13.05	4.91	-13.7	7.1
	C	Sm-Fe-N	9.22	18.3	12.18	4.57	-13.1	6.6

【0042】

〔発明の効果〕この発明による異方性ボンド磁石は、R-Fe-B系合金鑄塊あるいは前記鑄塊を粉碎して得られた粗粉碎粉を、特定の熱処理条件のH₂処理法により、特定の平均再結晶粒径を有する正方晶のR₁Fe_{1-x}B_x相の再結晶粒集合組織を有する異方性磁石粉末となし、バインダーの樹脂との配合混合前、あるいは配合混合と同時にしくは配合混合後に微細なR-Fe-B系等

方性ナノコンボジット磁石粉末を所定量配合、混合し、成形硬化して、ボンド磁石中の空孔率が減少して磁石内へのO₂、H₂Oの侵入が抑制されるのに加えて、成形時に磁石粉末の割れを抑制でき、ボンド磁石中の非常に活性な金属破面が減少するので実施例に明らかなように、耐熱性、耐候性は一段と向上し、同時にB_r、(BH)_{max}、角型性が向上する。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.